

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-345216
(43)Date of publication of application : 12.12.2000

(51)Int.Cl.

B22F 9/28
// H01G 4/12

(21)Application number : 11-152555
(22)Date of filing : 31.05.1999

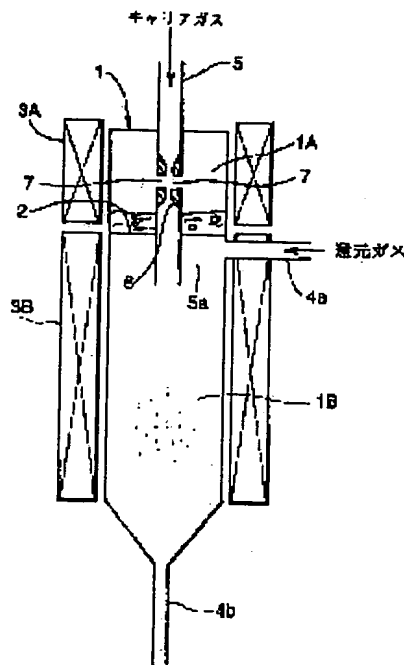
(71)Applicant : TOHO TITANIUM CO LTD
(72)Inventor : ASAI TAKESHI
TAKATORI HIDEO

(54) PRODUCTION OF METAL POWDER AND DEVICE FOR PRODUCING IT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To facilitate the control of the grain size of metal powder formed by vapor chemical reaction and to stably produce superfine metal powder.

SOLUTION: In an evaporating chamber 1A, solid metal chloride such as nickel chloride is heated and evaporated to generate gaseous metal chloride. The gaseous metal chloride is introduced into a feed tube 5 in which carrier gas is directly flowed into a reaction chamber 1B by utilizing negative pressure generated by a venturi mechanism 6 and is fed to the reaction chamber 1B. In the reaction chamber 1B, by bringing the gaseous metal chloride into contact with reducing gas to cause a vapor chemical reaction, the metal powder such as Ni superfine powder is produced.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

[Claims]

[Claim 1] A process for preparing a metal powder, which comprises supplying a metal chloride gas produced by heating and evaporating solid metal chloride to a reaction part utilizing a negative pressure due to gas flow in a supplying tube penetrating the reaction part, thereby, causing a vapor phase chemical reaction of the metal chloride gas and a reducing gas in the reaction part, to obtain a metal powder.

[Claim 2] An apparatus for preparing a metal powder, which comprises an evaporation part for heating and evaporating solid metal chloride to produce a metal chloride gas, a reaction part for causing a vapor phase chemical reaction of the metal chloride gas and a reducing gas to obtain a metal powder, and a supplying tube which directly flows a carrier gas in the reaction part, has a metal chloride gas introducing part, and supplies a metal chloride gas introduced from the introducing part to a reaction part by a carrier gas, wherein the metal chloride gas introducing part in the supplying tube is provided with a negative pressure-generating means for sucking the metal chloride gas.

[Claim 3] The apparatus for preparing a metal powder according to claim 2, wherein a magnitude of a negative pressure generated by the negative pressure-generating means can be regulated.

[Claim 4] The apparatus for preparing a metal powder according to claim 2 or 3, wherein the supplying tube penetrates the evaporation part, and the metal chloride gas introducing part is arranged in the evaporation part.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-345216
(P2000-345216A)

(43) 公開日 平成12年12月12日 (2000. 12. 12)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト* (参考)
B 2 2 F 9/28		B 2 2 F 9/28	Z 4 K 0 1 7
// H 0 1 G 4/12	3 6 1	H 0 1 G 4/12	3 6 1 5 E 0 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-152555

(22) 出願日 平成11年 5 月31日 (1999. 5. 31)

(71) 出願人 390007227

東邦チタニウム株式会社

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号

(72) 発明者 浅井 剛

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 東邦
チタニウム株式会社内

(72) 発明者 高取 英男

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎3-3-5 東邦
チタニウム株式会社内

(74) 代理人 100096884

弁理士 末成 幹生

Fターム(参考) 4K017 AA03 BA02 BA03 BA05 CA08

DA01 EX03 FB06

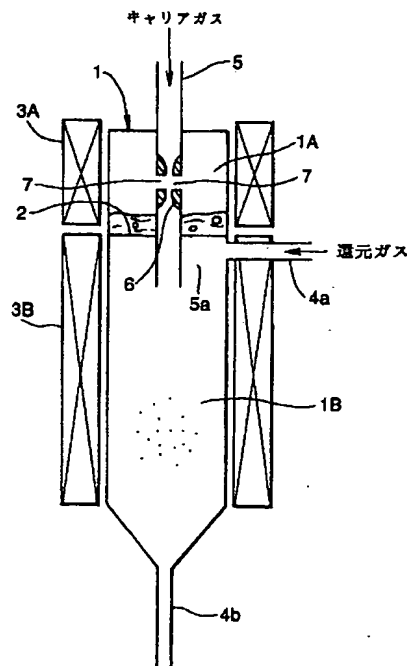
5E001 AB03 AC09 AH00 AH01 AJ01

(54) 【発明の名称】 金属粉末の製造方法および製造装置

(57) 【要約】

【課題】 気相化学反应により生成する金属粉末の粒径制御を容易として超微粉状の金属粉末を安定して製造する。

【解決手段】 蒸発室1Aにおいて、塩化ニッケル等の固体状の金属塩化物を加熱蒸発させて金属塩化物ガスを生成する。この金属塩化物ガスを、キャリアガスが反応室1Bに直接流されている供給管5に、ベンチュリー機構6によって発生する負圧を利用して導入し、反応室1Bに供給する。反応室1Bにおいて金属塩化物ガスと還元ガスとを接触させ、気相化学反应を起こさせることによりNi超微粉等の金属粉末を生成させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 固体状の金属塩化物を加熱蒸発させて生成した金属塩化物ガスを、反応部に貫通してなる供給管内のガス流通による負圧を利用して前記反応部に供給することにより、当該反応部において前記金属塩化物ガスと還元ガスとによる気相化学反応を起こさせて金属粉末を得ることを特徴とする金属粉末の製造方法。

【請求項2】 固体状の金属塩化物を加熱蒸発させて金属塩化物ガスを生成する蒸発部と、前記金属塩化物ガスと還元ガスとによる気相化学反応を起こさせて金属粉末を得る反応部と、キャリアガスを前記反応部に直接流通させ、かつ金属塩化物ガス導入部を有し、該導入部から導入した金属塩化物ガスをキャリアガスによって反応部に供給する供給管とを具備し、前記供給管における前記金属塩化物ガス導入部には、前記金属塩化物ガスを吸引するための負圧発生手段が設けられていることを特徴とする金属粉末の製造装置。

【請求項3】 前記負圧発生手段によって発生する負圧の大きさが調整可能とされていることを特徴とする請求項2に記載の金属粉末の製造装置。

【請求項4】 前記供給管が前記蒸発部を貫通し、かつ前記金属塩化物ガス導入部が蒸発部内に配置されていることを特徴とする請求項2または3に記載の金属粉末の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属粉末の製造方法および製造装置に係り、具体的には電子部品等に用いられる導電ペーストフィラー、Ti材の接合材、さらには触媒等の各種用途に適したNi、Cu、Ag等の金属超微粉を製造するにあたって好適な方法および装置に関する。

【0002】

【従来の技術】上記Ni、Cu、Agの中でも、とりわけNiの粉末は、従来のPd粉末に比べて安価なため積層セラミックコンデンサの内部電極形成用として注目されている。中でも金属塩化物の水素還元等によるNi粉末の製造方法は、湿式法に比べてその製造プロセスがシンプルであるため大量生産に向いている。このようなNi粉末の中でも、積層セラミックコンデンサの小型化、大容量化に伴う内部電極の薄層化・低抵抗化等の要求から、粒径1μm以下は勿論のこと、粒径0.5μm以下のNi超微粉が要望されている。

【0003】図3は、上記のような金属超微粉の製造装置の従来例を示している。この製造装置は縦型の還元炉20を主体としており、還元炉20内は坩堝21によって上側の蒸発室20Aと下側の反応室20Bとに分けられている。還元炉20の頂部には蒸発室20Aに不活性ガスを供給する不活性ガス供給口22を有している。また、頂部から反応室20Bにわたって延びる還元ガス供

給管23が蒸発室20Aを貫通して設けられている。この還元ガス供給管23と坩堝21との間には、蒸発室20Aと反応室20Bとを連通する金属塩化物ガス導入口24が形成されている。そして、炉壁の周囲には、蒸発室20Aおよび反応室20Bを加熱する加熱手段25A、25Bがそれぞれ配置されている。

【0004】この製造装置によりNi超微粉を製造する場合を説明すると、蒸発室20Aに固体状の塩化ニッケルを投入し、これを加熱手段25Aにより加熱蒸発（昇華）させ、蒸発室20Aにおいて金属塩化物ガスである塩化ニッケルガスを連続的に生成する。一方、蒸発室20Aに不活性ガス供給口22から不活性ガスを供給するとともに、還元ガスである水素ガスを還元ガス供給管23に流して反応室20Bに供給し、さらに、加熱手段25Bによって反応室20Bを所定の還元温度に維持する。蒸発室20A内に供給された不活性ガスは、塩化ニッケルガスとともに金属塩化物ガス導入口24から反応室20B内に流入する。反応室20Bでは、塩化ニッケルガスは水素ガスによって還元されてNi粉末が生成する。蒸発室20Aに供給する不活性ガスは、金属塩化物ガスを反応室20Bに移送するためのキャリアガスとして用いられる。

【0005】上記の金属塩化物ガスと還元ガス（上記の場合、塩化ニッケルガスと水素ガス）は、両者が接触した瞬間に金属原子が生成し、金属原子どうしが衝突もしくは凝集することによって金属の超微粒子に成長、あるいは生成した金属の超微粒子の表面で気相化学反応が進行して粒子が成長してゆくと考えられる。このため、反応工程における雰囲気中の金属塩化物ガスの分圧や温度等の条件によって、生成する金属粉末の粒径が影響される。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上記従来の製造装置では、蒸発室20Aで生成した金属塩化物ガス（上記具体例では塩化ニッケルガス）をキャリアガスによって蒸発室20Aから反応室20Bに導入する形式を採っているため、次のような問題がある。蒸発室20A内での金属塩化物ガスの分圧ならびに反応室20Bへの金属塩化物ガスの供給量が安定せず反応室20Bで生成する金属粉末の粒径を所望の範囲内に制御することが難しいと考えられる。このため、粒度分布が狭く高品質な金属粉末を安定的に製造する方法が望まれている。本発明は、固体の金属塩化物を蒸発させて得た金属塩化物ガスを還元して金属超微粉を得る場合において、以下の点を目的とする。

1) 金属塩化物ガスを反応部に安定して供給する装置を提供すること。

2) 上記1)の装置を利用した金属超微粉の気相化学反応装置を提供すること。

3) 上記2)の装置を用いた金属超微粉の製造方法を提

供すること。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の金属粉末の製造方法は、固体状の金属塩化物を加熱蒸発させて生成した金属塩化物ガスを、反応部に貫通してなる供給管内のガス流通による負圧を利用して反応部に供給することにより、当該反応部において金属塩化物ガスと還元ガスとによる気相化学反応を起こさせて金属粉末を得ることとを特徴としている。

【0008】この製造方法によれば、生成した金属塩化物ガスは、キャリアガスが反応部に流されている供給管に負圧を利用して導入され、キャリアガスによって供給管から反応部に供給される。供給管への金属塩化物ガスの導入量は、金属塩化物ガスの蒸発量およびキャリアガスの流量を一定とした場合、負圧の大きさによって定まる。したがって、この負圧の大きさを制御因子とすることにより反応部への金属塩化物ガスの供給量ならびに金属塩化物ガスの分圧を制御することができる。したがって、金属塩化物ガスの供給量ならびに分圧の制御が容易かつ高精度となり、ひいては反応部で生成する金属粉末の粒径を的確に制御することができる。

【0009】本発明の金属粉末の製造方法によって製造され得る金属超微粉は、ニッケル、CuあるいはAg等であり、これらの超微粉は導電ペーストフィラー、Ti材の接合材、さらには触媒等の各種用途に適している。これらの中でも、本発明は特にNi超微粉の製造に好適である。

【0010】本発明におけるキャリアガスとしては、アルゴンガスや窒素ガス等の不活性ガスが好適に用いられるが、このキャリアガス中に還元ガスを混入してもよく、さらには、還元ガスをキャリアガスとして用いることもできる。また、金属粉末を生成させる際に用いる還元ガスとしては、水素ガス、硫化水素ガス等の還元ガスを用いることができるが、生成した金属粉末への影響を考慮すると水素ガスが好適である。さらに、本発明の金属塩化物は、塩化ニッケル、 CuCl_2 等が挙げられる。

【0011】次に、本発明の金属粉末の製造装置は、上記本発明の金属粉末の製造方法を実施するにあたって好適なものであり、固体状の金属塩化物を加熱蒸発させて金属塩化物ガスを生成する蒸発部と、金属塩化物ガスと還元ガスとによる気相化学反応を起こさせて金属粉末を得る反応部と、キャリアガスを反応部に直接流通させ、かつ金属塩化物ガス導入部を有し、該導入部から導入した金属塩化物ガスをキャリアガスによって反応部に供給する供給管とを具備し、前記供給管における金属塩化物ガス導入部には、金属塩化物ガスを吸引するための負圧発生手段が設けられていることを特徴としている。

【0012】この製造装置によれば、蒸発部で生成した金属塩化物ガスは、負圧発生手段により発生する負圧で

供給管に導入され、キャリアガスにより反応部に移送される。金属塩化物ガスは反応部で還元ガスと接触し、気相化学反応を起こして金属粉末となる。反応部への金属塩化物ガスの供給量ならびに金属塩化物ガスの分圧は、負圧発生手段により発生する負圧の大きさを制御され、これらの制御は、キャリアガスが供給管を経て反応部に直接流されているから、容易かつ高精度で行うことができる。このため本発明では、負圧発生手段によって発生する負圧の大きさが調整可能とされていることを好ましい形態としている。

【0013】本発明に係る負圧発生手段としては、供給管への金属塩化物ガス導入部として形成された導入口によって構成することが可能である。しかしながら、十分な負圧発生を図るために、その導入口に近接する供給管内部に、キャリアガスの流速を利用して負圧を発生させるベンチュリー機構を具備させることが好ましい。

【0014】また、本発明の製造装置では、装置の小型化ならびに単純化が達成される観点から、供給管が蒸発部を貫通していることを好ましい形態としている。この場合、供給管に設けられる金属塩化物ガス導入部を蒸発部内に配置することになる。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の一実施形態を説明する。図1は、一実施形態に係る金属粉末の製造装置を示している。該装置は円筒状の縦型還元炉1を主体としており、還元炉1内は坩堝を構成する仕切り2によって上側の蒸発室（蒸発部）1Aと下側の反応室（反応部）1Bとに分けられている。蒸発室1Aおよび反応室1Bは、還元炉1の周囲に配置された加熱手段3A、3Bにより、それぞれ所定の温度に加熱される。反応室1Bを構成する炉壁の上部には、還元ガスを反応室1Bに供給する還元ガス供給管4aが接続されている。また、反応室1Bの下端部には、生成した金属超微粉を回収する回収管4bが設けられている。

【0016】還元炉1の上部には、金属塩化物ガスを反応室1Bに供給する供給管5が配置されている。この供給管5は、還元炉1の軸心にほぼ沿って還元炉1の頂部から蒸発室1Aを貫通し反応室1Bの上部まで延びている。供給管5の下端部は、金属塩化物ガスを反応室1Bに吐出するノズル5aとして構成される。

【0017】供給管5の蒸発室1Aでの延在部分におけるほぼ中央部分には、図2(a)に示すように、供給管5の肉厚が内側に膨出してなるベンチュリー機構（負圧発生手段）6が構成されている。そして、このベンチュリー機構6のもっとも肉厚部分には、供給管5内と蒸発室1Aとを連通する複数の金属塩化物ガス導入口7が、周方向に等間隔をおいて空けられている。

【0018】次いで、上記金属粉末の製造装置を用いてNi超微粉を製造する一実施形態の具体例を説明する。はじめに、蒸発室1Aに固体状の塩化ニッケル（固体状

の金属塩化物)を投入し、これを加熱手段3Aにより加熱蒸発(昇華)させる。加熱手段3Aによる塩化ニッケルの加熱蒸発温度は、900℃前後が適当である。蒸発室1Aにおいては、金属塩化物ガスである塩化ニッケルガスが連続的に発生する。一方、不活性ガス(アルゴンガスや窒素ガス)を供給管5に流して反応室1Bに圧送するとともに、還元ガスである水素ガスを還元ガス供給管4aに流して反応室1Bに供給し、さらに、加熱手段3Bによって反応室1Bを所定の還元温度(1000℃前後)に加熱する。

【0019】反応室1Bに向かって供給管5内を流れている不活性ガスは、ベンチュリー機構6を通過する際に負圧を発生する。この負圧発生により、蒸発室1Aで生成した塩化ニッケルガスが金属塩化物ガス導入口7から供給管5内に吸引される。供給管5に導入された塩化ニッケルガスは、不活性ガスとともにノズル5aから反応室1Bに吐出する。反応室1Bでは、不活性ガスに随伴された塩化ニッケルガスが水素ガスと気相化学反応を起こし、Ni超微粉が生成する。

【0020】生成したNi超微粉は、不活性ガスや気相化学反応で副生した塩酸ガス等とともに反応室1Bの下部で冷却された後、次いで回収管4bより前記の混合ガスから分離回収される。分離回収されたNi超微粉は、さらに洗浄乾燥工程を経た後、本願発明によるNi超微粉が得られる。

【0021】本実施形態によれば、蒸発室1Aで生成した金属塩化物ガス(上記具体例では塩化ニッケルガス)は、ベンチュリー機構6によって発生する負圧を利用して供給管5内に導入され、反応室1Bに供給される。供給管5への金属塩化物ガスの導入量は、金属塩化物ガスの蒸発量およびキャリアガスの流量を一定とした場合、ベンチュリー機構6で発生する負圧の大きさによって定まる。このように、ベンチュリー機構6による負圧の大きさを制御因子とすることにより、反応室1Bへの金属塩化物ガスの供給量ならびに金属塩化物ガスの分圧を制御することができる。したがって、金属塩化物ガスの供給量ならびに分圧の制御を容易に、かつ高精度で行うことが可能となる。その結果、反応室1Bで生成する金属粉末の粒径を的確に制御するとともに、粒径が例えば0.5μm以下のNi超微粉を製造することができる。この場合、ベンチュリー機構6により発生する負圧は、肉厚や長さに伴う供給管5内の狭隘状態によって制御することができる。

【0022】また、上記製造装置においては、蒸発室1Aと反応室1Bとが上下に隣接し、なおかつ供給管5が蒸発室1Aを貫通しているので、装置の小型化ならびに単純化が達成される。

【0023】上記実施形態では、キャリアガスとして不活性ガスをを用いているが、キャリアガス中に還元ガス

(上記具体例では還元ガスである水素ガス)や、他のガ

ス(上記具体例では塩素ガス)を混入してもよく、さらには、還元ガスをキャリアガスとして用いることもできる。

【0024】上記実施形態のベンチュリー機構6は、金属塩化物ガスを供給管5に導入するための負圧発生手段の一例であり、負圧発生手段としては、金属塩化物ガスを供給管5に導入可能であればいかなる形態であってもかまわない。図2(b)~(d)は、ベンチュリー機構の変形例を示している。図2(b)のベンチュリー機構は、金属塩化物ガス導入口7の上流側に設けた漏斗状の絞り部材10により構成されている。また、図2(c)のベンチュリー機構は、供給管5のノズル5aを縮径して絞り、供給管5内に通した内管11に金属塩化物ガス導入口7を連通させて構成されている。さらに、図2(d)のベンチュリー機構は、絞り弁12によりベンチュリー機構を構成している。この場合、絞り弁12の開度によって負圧の大きさを調整し、金属塩化物ガスの導入量を任意に制御することができるようになっている。したがって、生成する金属粉末の粒径制御を容易に、かつ高精度で行うことができる。

【0025】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明する。図1に示す金属粉末の製造装置の蒸発室1Aに、出発原料である固体の塩化ニッケルを投入し、加熱手段3Aにより蒸発室1Aを900℃に加熱し、固体の塩化ニッケルを蒸発させて塩化ニッケルガスを発生させた。また、加熱手段3Bにより反応室1Bを1000℃に加熱した。次いで、供給管5にアルゴンガスを流して反応室1Bに塩化ニッケルガスを0.3Nl/分で、また還元ガス供給管4aから、3Nl/分の水素ガスを反応室1Bに供給し、反応室1BでNi超微粉を連続的に生成させた。次いで、窒素ガスおよび反応で副生した塩酸蒸気およびNi超微粉を回収管4bからオイルスクラバーに導き、Ni超微粉のみを分離回収した。次いで、回収したNi超微粉をキシレンで洗浄後、水洗乾燥してNi超微粉を得た。このNi超微粉は、平均粒径が0.3μmで、形状はほぼ均一な球状の粒子であり、きわめて高品質であった。

【0026】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、固体状の金属塩化物を加熱蒸発させて生成した金属塩化物ガスを、キャリアガスが反応部に直接流されている供給管に負圧を利用して導入することにより反応部に供給するので、生成する金属粉末の粒径制御を容易に、かつ高精度で行うことができる。したがって、粒度分布が狭く高品質な金属粉末を安定して得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施形態に係る金属粉末の製造装置を示す縦断面図である。

【図2】 (a)は本発明の一実施形態に係るベンチュ

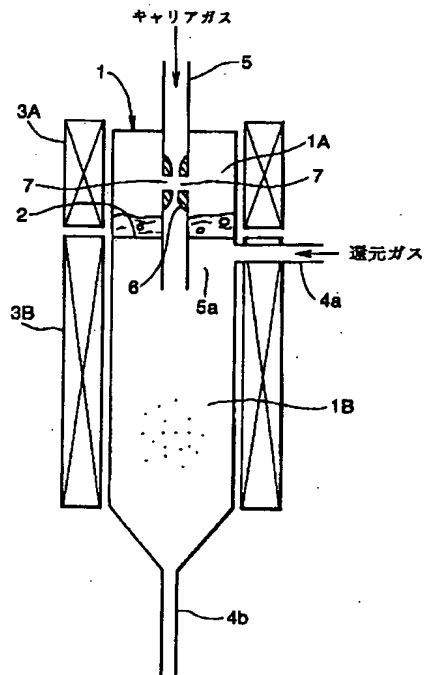
7
 リー機構を示す縦断面図、(b)～(d)はそれぞれベンチュリー機構の変形例を示す縦断面図である。

【図3】 従来の金属粉末の製造装置の従来例を示す縦断面図である。

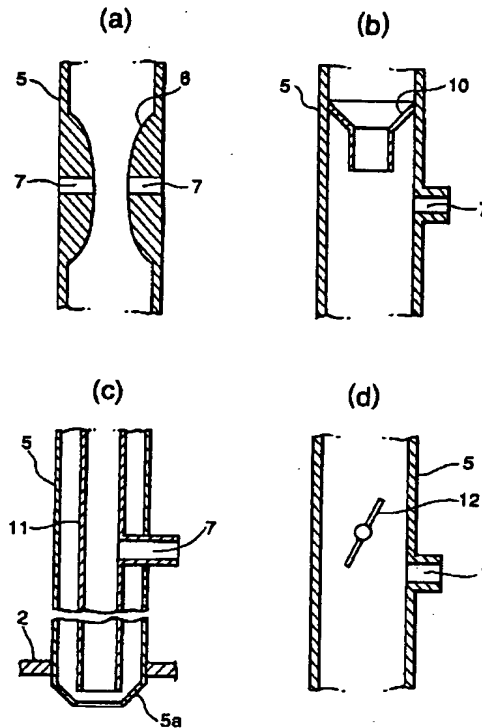
*【符号の説明】

1…還元炉、1A…蒸発室(蒸発部)、1B…反応室(反応部)、5…供給管、6…ベンチュリー機構(負圧発生手段)、7…金属塩化物ガス導入口。

【図1】



【図2】



【図3】

